

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 55-113803

(43)Date of publication of application : 02.09.1980

(51)Int.Cl.

B22F 3/10
C22C 33/02

(21)Application number : 54-020332

(71)Applicant : FUJITSU LTD

(22)Date of filing : 23.02.1979

(72)Inventor : SAKAI TAKEAKI

(54) PRODUCTION OF MAGNETIC MATERIAL

(57)Abstract:

PURPOSE: To make common use of molding molds and recompression-molding molds and produce the magnetic material at low cost by tentatively sintering the molding of the magnetic material powder composed primarily of iron at above the specified temperature at which the rate of expansion of the molding becomes approximately zero then making final sintering of the same.

CONSTITUTION: The magnetic material powder containing Cr; 3W12wt%, Si; 1W 3wt% and composed of iron and unavoidable impurities for the rest is packed together with lubricants such as zinc stearate in dies and is pressure-molded. Next, this molding is heated to allow the lubricants to decompose and evaporate, after which it is tentatively sintered at a high temperature over 850° C at which the expansion coefficient of this molding becomes approximately zero, e.g., 1150° C. Thence, the molding after the tentative sintering is finally sintered in steam flow of, e.g. 1400° C, whereby the intended magnetic material is produced. As a result of this the molding molds and recompression molding molds may be used in common, thus the need for making surplus molds is eliminated and the cost of magnetic material production may be saved.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

2. Scopes of the Patent Claims

(1) A method for manufacturing a sintered magnetic material wherein a magnetic material powder containing iron as the major component is shaped, and sintered to obtain the magnetic material, characterized by sintering tentatively the magnetic material powder at a high temperature more than 850°C at which the expansion degree of the shaped product becomes substantially zero, and then, sintering ordinarily the resulting shaped product.

(2) The method for manufacturing a sintered magnetic material as claimed in claim 1, characterized in that:

the magnetic material powder containing iron as the major component consists of iron, 3 to 12% by weight of chromium, and 1 to 3% by weight of silicon; and the tentative sintering temperature is substantially 1150°C.

⑬ 日本国特許庁 (JP)

⑭ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭55—113803

⑮ Int. Cl.³
B 22 F 3/10
C 22 C 33/02

識別記号

庁内整理番号
6735—4K
6735—4K

⑯ 公開 昭和55年(1980)9月2日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 5 頁)

⑮ 磁性体の製造方法

川崎市中原区上小田中1015番地
富士通株式会社内

⑰ 特 願 昭54—20332

⑰ 出 願 人 富士通株式会社

⑱ 出 願 昭54(1979)2月23日

川崎市中原区上小田中1015番地

⑲ 発 明 者 酒井武明

⑲ 代 理 人 弁理士 松岡宏四郎

明 願 書

1. 発明の名称

磁性体の製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) 鉄を主成分とする磁性材料粉末を成形し、焼結して磁性体とする焼結磁性体の製造方法において、成形体の膨張率がほぼ等となる、850℃を超える高温で仮焼結を行い、次いで本焼結を行うことを特徴とする磁性体の製造方法。

(2) 特許請求の範囲第1項記載の磁性体の製造方法において、前記鉄を主成分とする磁性材料粉末が鉄と3～12重量%のクロムと1～3重量%のシリコンであり、前記仮焼結温度がほぼ1150℃であることを特徴とする磁性体の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は磁性体特に鉄-クロム-シリコン系の焼結磁性体の製造方法に関し、特に成形体の膨張率が実質的に等となるような、850℃を超える高温で仮焼結を行い、次いで本焼結を行う磁性体の製造方法に関するものである。

焼結法による磁性体の製作では所望形状の磁性体を得るのに好都合であるから、種々の組成の磁性粉末を用いて実施されている。通常の焼結法の工程は、原料粉末の混合、型を使用する成形、成形体の密度を高め且つ焼結体の磁気的性質を改善する仮焼結、型を使用する再圧縮成形、本焼結ならびに寸法を整えるサイジング工程からなる。

一般に鉄系焼結材料の仮焼結温度は、できるだけA₁変態点(910℃)に近く且つそれより低い温度(例えば850℃)とするのが通常であり、これによって、フェライトからオーステナイトへの変態による焼結性低下を防止していたものである。

ところが、上記のような仮焼結温度では成形体が約0.5%膨張するため、再圧縮成形に用いる型は多少大きなものとする必要があり、成形型とは別に型を用意しなければならない。型製作のコストは周知の様にかなり高価なものであり、その結果、最終製品である磁性体のコスト増を招いている。

従って、本発明の目的は成形型と再圧縮成形型

を共通に用い得る磁性体の製造方法を提供することである。

この目的は本発明によれば、鉄を主成分とする磁性材料粉末を成形し、焼結して磁性体とする焼結磁性体の製造方法において、成形体の膨張率がほぼ零となる、850℃を超える高温で仮焼結を行い、次いで本焼結を行うことによって達成される。

一般に知られている軟磁性材料の純鉄焼結材料あるいは硅素鉄焼結材料は、腐食（酸化）されやすく、そのために防食表面処理（メッキ、燻染め等）を施す必要がある。このような防食表面処理による不利益を回避するために、耐食性焼結磁性材料としてCrを12重量%以上含有するFe合金、例えば、Fe-17%Cr焼結材料が使用されている。しかしながら、非磁性元素であるCrを多量に含むために、磁気的性質が良好でない。

そこで、Fe-17%Cr焼結材料ほどの強い耐食性を要求されていないところで使用する耐食性磁性材料であるならば、Cr含有量を下げることが可能であり、さらにCr量を下げることによ

- 3 -

鉄を減少させ、ヒステリシス損失を減少させ、電気抵抗の増加によって渦流損失を改善し、磁性の経年変化による劣化を抑え、さらに焼結密度を高める効果を有するが、1重量%以下では磁気的性質及び焼結密度の改善にあまり効果がない。一方、3重量%以上では磁束密度を低下させる。更にSiの添加方法としては、Si粉末で添加するよりも鉄とSiの母合金粉で添加する方が焼結合金の均一性、焼結性を良好とする。本発明では17%Si-Fe母合金粉を用いているがSi量を増すためには、必然的に母合金粉量を増やさねばならない。この母合金粉末は純鉄粉に比べてはるかに重いので、この量を増すことによって混合粉末の圧縮性、成形性が低下する。従って、3重量%以上では混合粉末の成形性を低下させるので、1~3重量%に限定した。

さらに、所定の磁気特性を持たせるためには焼結密度比（焼結密度/真密度×100（%））を高めなければならない。また、高密度な機械的強度が向上するので95%以上が好ましい。

- 5 -

特開 昭55-113803(2)

て磁気的性質の改善が期待される。しかしながら、Fe-Cr合金状態図（鉄鋼便覧（丸善）、付5.19 Fe-Cr系、第1661頁参照）によれば、12重量%Cr以下で γ -ループ（オーステナイト領域）が生じる。このオーステナイトはフェライトに比べて拡散係数が大巾に小さく、焼結性が悪いため焼結密度が上がらず磁気的性質は改善されないとみられていた。

そこで、高磁束密度で低保磁力を有し、且つ、従来のFe-Cr系焼結材と同等の耐食性を持つ材料として3~12重量%のCr、1~3重量%のSiを含有し、残部が鉄及び不可避免的不純物からなり、かつ焼結密度比が95%以上である耐食性焼結磁性材料を見出し、特願昭53-133139号に開示した。先の出願に開示した様に、Crは耐食性を高めるのに有効な元素であるが3重量%以下では良好な耐食性が得られず、また、12重量%以上では磁気的性質、特に、磁束密度の低下が大きいので、3~12重量%に限定した。

SiはFeに添加された場合にオーステナイト相

- 4 -

次に、この焼結磁性材料の耐食性（耐食性）について、Fe-2%Si-Cr系を例にとりて耐食試験（50℃で湿度95%以上48時間放置）と耐腐試験（5%塩酸4時間浸漬中の腐食量）を実施し、Cr量が3~5重量%ではFe-Cr系に比し多少劣るがCrが12重量%まではFe-Cr系と同等もしくはそれより良好である。耐食試験結果では3%Cr量がFe-Cr系に多少劣る程度で、それ以外の12%CrまではFe-Cr系と全く同程度である。これは従来の純鉄及び硅素鉄焼結材料に比べてはるかに良好な耐食性があり、通常の大気雰囲気中であれば十分使用可能であって防食のために表面処理する必要はないものである。

従って、耐食性の点でFe-Cr-Si系焼結磁性材料とするのが最適であるので、これの実施例を示す。

所定組成割合となるように、-100メッシュ（147ミクロン以下）の電解鉄粉、-100メッシュの17%Cr-Fe合金吸着粉及び-325メッシュの17%Si-Fe合金吸着粉を用意し、潤滑剤

- 6 -

としてステアリン酸亜鉛をこれら粉末に添加し混合した。この混合粉末を金型に充填し、4 t/cm²のプレス圧力にてリング試験片（外径45mm、内径35mm、高さ7mm）を成形した。試験片は、約400℃に加熱して潤滑剤を分解蒸発させた。

本例における仮焼結温度は以下に示す温度で行うものであるが、比較のため試験片は、600~1800℃の範囲で100℃おきに水素雰囲気中で加熱した。加熱後圧粉体の寸法を測定し、型寸法を基準として膨脹率を求めた。この結果を第1図に仮焼結温度に対してプロットして示す。第1図より明かなように膨脹率は1000℃においてピークを示し、1200℃以上の高温では急激に低下する。および1150℃の温度において膨脹率がゼロとなる温度が存在する。これは、SiとCrの添加量が図示のように変化しても一定であることがわかる。

仮焼結の工程につづいて588MPa (5 t/cm²)の圧力で再圧縮を行った。次に1400℃で水素気流中で本焼結を行い、次にサイジング型でサイジングを行った。このようにして得られた焼結材料

-7-

以上のように、本発明によれば仮焼結は成形体の膨脹率がほぼ零となる850℃を超える高温で行うので、成形型と再圧縮成形型は共通に用い得る。その結果余分の型製作が不要となり、磁性体製作コストの増加を招くことがない。

又、本発明の方法は、Fe-Si-Cr系でも有効に実施できるから、焼結密度比を95%以上に保ち、従来のFe-Cr系より低保磁力で高磁化で且つFe-Crと同等の耐腐性をもつ焼結軟磁性材料又は磁性体を得ることができる。

4. 図面の簡単な説明

第1図は各組成比のFe-Si-Cr系軟磁性焼結磁性体の製作において、本発明の特定温度を含む各仮焼結温度をパラメータとした成形体の膨脹率変化を示す図、第2図は同じく各仮焼結温度をパラメータとした保磁力H_cと磁化B₈₀₀の変化を示す図、第3図は同じく、各仮焼結温度をパラメータとした焼結体の密度比(%)を示す図である。

図中、AはFe-1%Si-7%Cr、

-9-

特開 昭55-113803(3)

の800A/m (10 Oe) の磁界における磁化B₈₀₀ (テスラ(T)=10⁴ガウス(G))および保磁力(H_c)を測定した。この結果を第2図に仮焼結温度に対して示す。B₈₀₀は1000℃においてわずかに低くなっているが、ほとんど一定といってもよい値である。H_cは仮焼結温度によってほとんど変化を示さない。

以上の結果から、従来例と同じく850℃で仮焼結しても本実施例の如く、約1150℃で仮焼結しても、保磁力、磁化(B₈₀₀)とも同等の特性を得ることができる。

焼結体においては、強度と磁気特性の観点から焼結密度比が重要な要素であるから、前記の各種仮焼結温度における試験片の密度を測定した。第3図がその結果であり、第2図の磁化(B₈₀₀)の傾向と符合して、900℃で最大となり、それ以上の高温では減少傾向を示し、1000℃で最低となるが1100℃では再びピークを示し、減少している。1150℃仮焼結では95%以上の密度となる。

-8-

BはFe-2%Si-7%Cr、

CはFe-3%Si-7%Cr、

DはFe-2%Si-3%Cr、

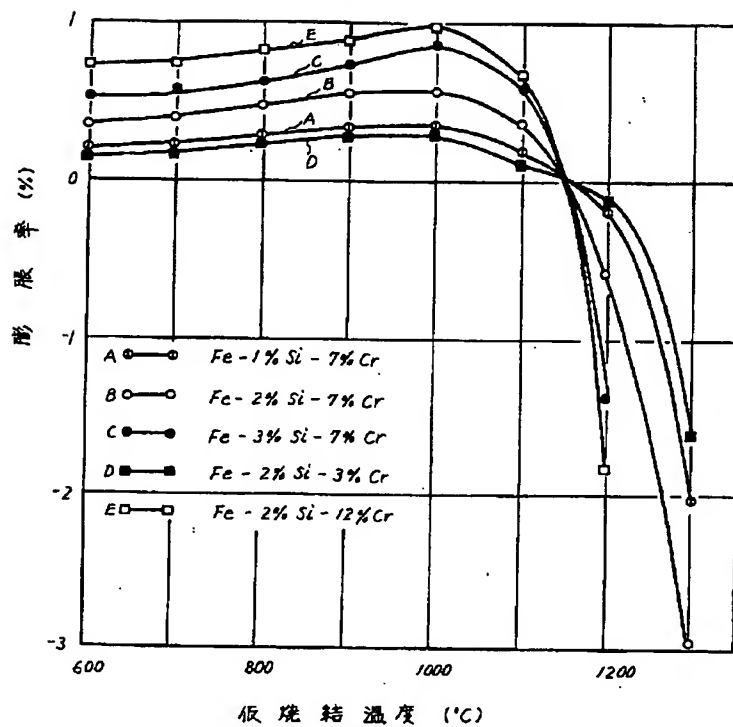
EはFe-2%Si-12%Cr、

の測定結果である。

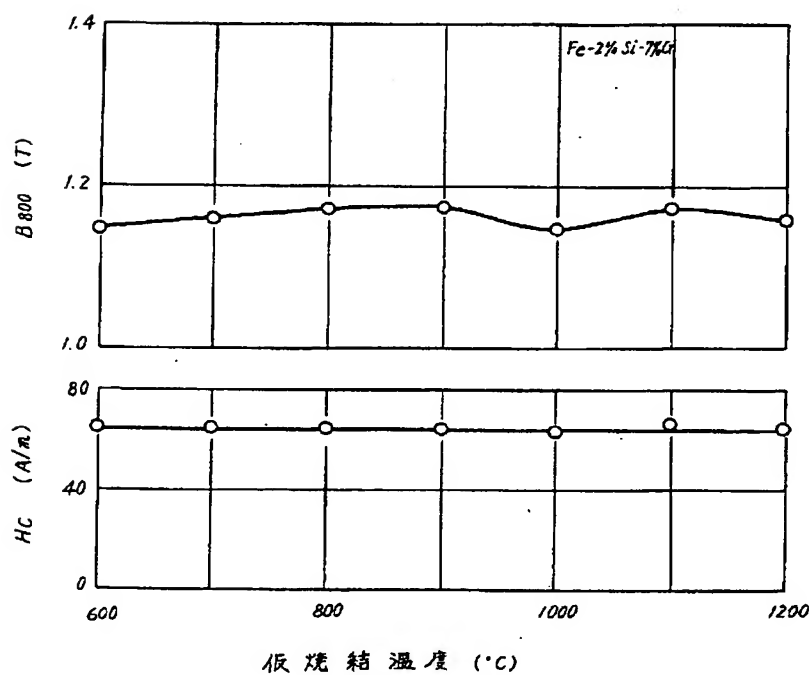
代理人 弁理士 松岡 宗四郎

-10-

第 1 圖



第 2 圖



第 3 図

